



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHE  
PATENT- UND  
MARKENAMT

# Offenlegungsschrift

⑯ DE 101 49 130 A 1

⑮ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 01 F 7/30**

C 09 G 1/04

C 09 G 1/02

B 01 F 5/00

B 01 F 17/00

⑯ Aktenzeichen: 101 49 130.1

⑯ Anmeldetag: 5. 10. 2001

⑯ Offenlegungstag: 10. 4. 2003

⑯ Anmelder:

Degussa AG, 40474 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Lortz, Wolfgang, Dr., 63607 Wächtersbach, DE;  
Hemme, Ina, Dr., 63450 Hanau, DE; Batz-Sohn,  
Christoph, Dr., 63454 Hanau, DE; Mörters, Martin,  
Dr., 63450 Hanau, DE; Habermann, Herbert, 63599  
Biebergemünd, DE; Diener, Uwe, 63538  
Großkrotzenburg, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑯ Flammenhydrolytisch hergestelltes, mit zweiwertigen Metalloxiden dotiertes Aluminiumoxid und wässrige Dispersion hiervon

⑯ Flammenhydrolytisch hergestelltes, mit einem zweiwertigen Metalloid dotiertes Aluminiumoxid, welches keine, im Röntgendiffraktogramm nachweisbaren, Spinelstrukturen oder alpha-Aluminiumoxid aufweist. Es wird hergestellt durch ein pyrogenes Verfahren, indem man bei der Flammenhydrolyse von Aluminiumhalogeniden dem Gasgemisch ein Aerosol, welches eine wässrige Lösung eines zweiwertigen Metallsalzes enthält, zusetzt. Die dorthalten Aluminiumoxide können zum Beispiel in wässrigen Dispersionen zum chemisch-mechanischen Polieren eingesetzt werden.

# DE 101 49 130 A 1

## Beschreibung

- [0001] Die Erfindung betrifft flammenhydrolytisch hergestelltes, mit zweiwertigen Metalloxiden dotiertes Aluminiumoxid, wässrige Dispersionen hiervon, deren Herstellung und Verwendung, insbesondere beim chemisch-mechanischen Polieren.
- [0002] Chemisch-mechanisches Polieren (CMP-Prozeß) ist eine Technologie, die zum Planarisieren von Oberflächen und zur Herstellung von Strukturen bis in den Submikrometerbereich auf Halbleiterwafern eingesetzt wird. Dabei kommen in der Regel Dispersionen zum Einsatz, die eine oder mehrere chemisch aktive Verbindungen, wenigstens ein Abrasiv, sowie eine Vielzahl von Zusatzstoffen, die die Eigenschaften der Dispersion hinsichtlich ihrer gewünschten Verwendung verändern können, aufweisen.
- [0003] Besondere Bedeutung kommt dabei den Abrasivpartikeln zu, die im CMP-Prozess eine hohe Abtragrate aufweisen sollen, ohne Kratzer auf der zu polierenden Oberfläche zu erzeugen. Des Weiteren soll die Dispersion stabil sein gegen Flockung und Sedimentation der Abrasivpartikel.
- [0004] Hierbei spielt das Zeta-Potential in der Dispersion eine wichtige Rolle. Die Partikel in einer CMP-Dispersion sind elektrisch geladen. Dies kann hervorrufen von der Dissoziation von Oberflächengruppen oder von einer Desorption oder Adsorption von Ionen auf der Partikeloberfläche. Dabei liegt die elektrische Ladung in der Regel nicht in, sondern auf der Partikeloberfläche. Das Zeta-Potential hängt dabei von der Art des Partikels ab, zum Beispiel Siliziumdioxid, Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Ceroxid usw.
- [0005] Eine wichtige Größe im Zusammenhang mit dem Zeta-Potential ist der isoelektrische Punkt (IEP) für einen Partikel. Der IEP gibt den pH-Wert an, bei dem das Zeta-Potential Null ist. Der IEP liegt bei Aluminiumoxid bei einem pH von ca. 9, bei Siliziumdioxid bei ca. 3,8, bei Magnesiumoxid bei ca. 12,4.
- [0006] Die Ladungsdichte an der Oberfläche kann beeinflusst werden durch Veränderung der Konzentration der potentialbestimmenden Ionen im umgebenden Elektrolyten. In denjenigen Dispersionen, in denen die Partikel saure oder basische Gruppen auf der Oberfläche tragen, kann die Ladung durch Einstellen des pH-Wertes geändert werden. Das Potential kann ferner geändert werden durch Zugabe von Salzen oder oberflächenaktiven Substanzen.
- [0007] Partikel aus dem gleichen Material werden das gleiche Vorzeichen der Oberflächenladungen besitzen und sich somit abstoßen. Wenn das Zeta-Potential zu klein ist, kann die abstoßende Kraft jedoch nicht die von der Waals-Anziehung der Partikel kompensieren und es kommt zu Flockung und gegebenenfalls Sedimentation der Partikel.
- [0008] Bei verschiedenen Materialien, zum Beispiel Abrasivpartikel und zu polierende Oberfläche, ist es möglich, dass die Oberflächenladungen unterschiedliches Vorzeichen haben und dadurch auf der zu polierenden Oberfläche festgehalten werden. Dadurch kommt es zu einem nicht einheitlichen Polierverlauf und es werden aufwendige Reinigungsschritte nach dem Polierschritt nötig.
- [0009] Da die isoelektrischen Punkte der gängigen Abrasivpartikel und der zu polierenden Oberflächen oft sehr weit auseinander liegen (Titanoxid ca. 9,5, Wolfram bei ca. 1), ist es oft schwierig eine CMP-Dispersion so einzustellen, dass diese stabil ist und zudem keine Anhaftungen von Partikeln auf der zu polierenden Oberfläche auftreten.
- [0010] Zwar stehen prinzipiell die oben beschriebenen Möglichkeiten zur Beeinflussung des Zeta-Potentiales bereit. Es muß jedoch die gesamte Dispersion mit all ihren Bestandteilen betrachtet werden. So kann eine Verschiebung des pH-Wertes zwar das Zeta-Potential erhöhen, gleichzeitig kann damit aber eine Zersetzung des Oxidationsmittels eingeleitet werden, die Selektivität, insbesonders beim Metallpolishing negativ beeinflusst werden. Schließlich können die Zusatzstoffe, die oft im Prozentbereich in CMP-Dispersionen vertreten sind, ihrerseits Reaktionen eingehen.
- [0011] WO 0073396 beschreibt eine CMP-Dispersion enthaltend Abrasivpartikel mit der Spinell-Struktur  $MgO \cdot x Al_2O_3$ , die durch Calcinierung erhalten werden, und bei denen durch Variation des Magnesiumoxid/Aluminiumoxid-Verhältnisses das Zeta-Potential veränderbar sein soll.
- [0012] Nachteilig bei diesem Verfahren ist zum einen die Bildung von alpha-Aluminiumoxid, das beim Polieren zu Kratzern führen kann. Es wird zwar eine Stabilisierung der weicheren gamma-Aluminiumoxid-Phase postuliert, die jedoch proportional abhängig ist von dem Anteil an Magnesiumoxid. Das heißt je höher der Anteil an Magnesiumoxid desto geringer die alpha-Aluminiumoxidbildung. Wie in WO 0073396 ausgeführt, kann alpha-Aluminiumoxid jedoch auch schon in geringen Mengen zu Kratzern beim Polieren führen.
- [0013] Mit steigendem Anteil an Magnesiumoxid nimmt zwar die Bildung von alpha-Aluminiumoxid ab, gleichzeitig aber auch die BET-Oberfläche der Partikel. Besitzt bei gleicher Calcinierungstemperatur ein Partikel  $MgO \cdot x Al_2O_3$  mit  $x = 25$  eine BET-Oberfläche von  $100 m^2/g$ , so sind es bei  $x = 1$  nur noch  $40 m^2/g$ , was die Verwendung in CMP-Dispersionen einschränken kann.
- [0014] Das heißt eine Verringerung des alpha-Aluminiumoxidgehaltes geht mit einer Verringerung der BET-Oberfläche einher. Die beiden Größen können nicht unabhängig voneinander variiert werden.
- [0015] Die beschriebene Änderung des Zeta-Potentiales mit dem Magnesiumgehalt wird nicht weiter ausgeführt. Es ist jedoch aus oben gesagtem zu folgern, dass eine Variation des Zeta-Potentiales auch gleichzeitig BET-Oberfläche und alpha-Aluminiumoxidgehalt ändert.
- [0016] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, Abrasivpartikeln deren Zeta-Potential und BET-Oberfläche unabhängig voneinander variiert werden können und die beim Polieren eine weitestgehend von Kratzern frei Oberfläche erzeugen, bereitzustellen.
- [0017] Gegenstand der Erfindung ist ein flammenhydrolytisch hergestelltes, mit einem zweiwertigen Metalloid dotiertes Aluminiumoxid, welches keine, im Röntgendiffraktogramm nachweisbaren, Spinellstrukturen oder alpha-Aluminiumoxid, aufweist.
- [0018] Im Gegensatz zu den in WO 0073396 beschriebenen Partikeln weisen die erfundungsgemäßen Partikel keine Spinellstrukturen auf. Dies ist auf die unterschiedliche Art der Herstellung zurückzuführen. In dem hier zugrunde liegenden pyrogenen Prozess kommt es trotz der hohen Temperaturen nicht zur Ausbildung von Spinellphasen. Möglicherweise ist hierfür die extrem kurze Verweilzeit der Partikel bei hohen Temperaturen verantwortlich, die in einer kinetisch kontrollierten Reaktion zu Partikeln führt, die keine Spinellstrukturen aufweisen. Sputtering-Experimente am Beispiel

# DE 101 49 130 A 1

eines mit Magnesiumoxid-dotierten Aluminiumoxides haben ferner gezeigt, dass die Konzentration der Dotierungskomponente einem Gradienten folgt, und so an der Oberfläche der Partikel die höchste Magnesiumoxid-Konzentration analysiert wurde.

[0019] Die BET-Oberfläche des dotierten Aluminiumoxides, bestimmt nach DIN 66 131, kann zwischen 1 und 1000 m<sup>2</sup>/g liegen. 5

[0020] Vorteilhaft für CMP-Anwendungen ist der Bereich zwischen 50 und 400 m<sup>2</sup>/g, besonders vorteilhaft ist der Bereich zwischen 100 und 250 m<sup>2</sup>/g.

[0021] Der Anteil der Dotierungskomponente im erfundungsgemäßen Aluminiumoxid kann zwischen 10 ppm und 5 Gew.-% liegen. Bevorzugt ist der Bereich zwischen 100 ppm und 3 Gew.-%, besonders bevorzugt ist der Bereich zwischen 0,1 und 2 Gew.-%. 10

[0022] Die Dotierungskomponenten können die zweiwertigen Metalloxide des Magnesiums, Calciums, Zinks, Mangans, Kupfers, Kobalts oder Eisens sein.

[0023] Besonders bevorzugt ist ein Aluminiumoxid mit Magnesiumoxid als Dotierkomponente.

[0024] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der dotierten Metalloidpartikel, indem eine Flamme, wie sie zur Herstellung von pyrogenen Oxiden nach der Art der Flammenoxidation oder Flammenhydrolyse benutzt wird, mit einem zuvor verdampften Aluminiumhalogenid, ein Aerosol in diese Flamme eingespeist wird, dieses Aerosol vor der Reaktion mit dem Gasgemisch der Flammenoxidation beziehungsweise Flammenhydrolyse homogen gemischt wird, dann das Aeorsol-Gasgemisch in einer Flamme abreagieren lässt und das dotierte Aluminiumoxid in bekannterweise vom Gasstrom abrennt, wobei als Ausgangsprodukt des Aerosols eine Lösung eines zweiwertigen Metallsalzes dient, wobei das Aerosol durch Vernebelung durch einen Aerosolgenerator hergestellt wird. 15

[0025] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist eine wässrige Dispersion enthaltend die erfundungsgemäßen Partikel. 20

[0026] Der Feststoffgehalt der erfundungsgemäßen Dispersion richtet sich in erster Linie nach der beabsichtigten Verwendung. Um Transportkosten einzusparen wird man eine Dispersion mit möglichst hohem Feststoffgehalt anstreben, während bei bestimmten Anwendungen, wie zum Beispiel beim chemisch-mechanischen Polieren, Dispersionen mit niedrigen Feststoffgehalten eingesetzt werden. Bevorzugt gemäß der Erfindung ist ein Feststoffgehalt von 0,1 bis 70 Gew.-%, besonders bevorzugt der Bereich zwischen 1 und 30 Gew.-%. In diesem Bereich zeigt die Dispersion eine gute Stabilität. 25

[0027] Die Teilchengröße des erfundungsgemäßen Aluminiumoxides in der Dispersion kann kleiner als 150 nm sein. Besonders bevorzugt ist der Bereich kleiner als 100 nm. 30

[0028] Die wässrige Dispersion kann einen pH-Wert zwischen 3 und 12 aufweisen. Die Einstellung des pH-Wertes kann durch Säuren oder Basen erfolgen und dient dazu die Stabilität der Dispersion zu erhöhen. Dabei ist zum einen der IEP der erfundungsgemäßen Partikel, zum anderen die Stabilität anderer in Dispersion vorhandenen Stoffe, zum Beispiel des Oxidationsmittels, zu beachten.

[0029] Als Säuren können anorganische Säuren, organische Säuren oder Mischungen der vorgenannten Verwendung finden. 35

[0030] Als anorganische Säuren können insbesondere Phosphorsäure, Phosphorige Säure, Salpetersäure, Schwefelsäure, Mischungen daraus, und ihre sauer reagierenden Salze Verwendung finden.

[0031] Als organische Säuren finden bevorzugt Carbonsäuren der allgemeinen Formel C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub>CO<sub>2</sub>H, mit n = 0–6 oder n = 8, 10, 12, 14, 16, oder Dicarbonsäuren der allgemeinen Formel HO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>CO<sub>2</sub>H, mit n = 0–4, oder Hydroxycarbonsäuren der allgemeinen Formel R<sub>1</sub>R<sub>2</sub>C(OH)CO<sub>2</sub>H, mit R<sub>1</sub> = H, R<sub>2</sub> =CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>H, CH(OH)CO<sub>2</sub>H, oder Phthalosäure oder Salicylsäure, oder sauer reagierende Salze der vorgenannten Säuren oder Mischungen der vorgenannten Säuren und ihrer Salze. 40

[0032] Eine Erhöhung des pH-Wertes kann durch Addition von Ammoniak, Alkalihydroxiden oder Aminen erfolgen. Besonders bevorzugt sind Ammoniak und Kaliumhydroxid. 45

[0033] Des Weiteren kann die erfundungsgemäße Dispersion 0,3 bis 20 Gew.-% mindestens eines Oxidationsmittels enthalten, welches Wasserstoffperoxid, ein Wasserstoffperoxid-Addukt, wie zum Beispiel das Harnstoff-Addukt, eine organische Persäure, eine anorganische Persäure, eine Iminopersäure, ein Persulfat, Perborat, Percarbonat, oxidierende Metallsalze und/oder Mischungen der vorgenannten sein kann. Besonders bevorzugt sind Wasserstoffperoxid und dessen Addukte. 50

[0034] Aufgrund der verringerten Stabilität einiger Oxidationsmittel gegenüber anderen Bestandteilen der erfundungsgemäßen Dispersion kann es sinnvoll sein, dieses erst unmittelbar vor der Benutzung der Dispersion hinzuzufügen.

[0035] Weiterhin kann die erfundungsgemäße Dispersion mindestens einen Oxidationsaktivator enthalten, dessen Zweck es ist die Oxidationsgeschwindigkeit beim chemisch-mechanischen Polieren zu erhöhen. Geeignete Oxidationskatalysatoren sind die Metallsalze von Ag, Co, Cr, Cu, Fe, Mo, Mu, Ni, Os, Pd, Ru, Sn, Ti, V und Mischungen daraus. Weiterhin sind Carbonsäuren, Nitrite, Harnstoffe, Amide und Ester geeignet. Besonders bevorzugt ist Eisen-II-nitrat. Die Konzentration des Oxidationskatalysators kann abhängig vom Oxidationsmittel und der Polieraufgabe in einem Bereich zwischen 0,001 und 2 Gew.-% variiert werden. Besonders bevorzugt ist ein Bereich zwischen 0,01 und 0,05 Gew.-%. 55

[0036] Ferner kann die erfundungsgemäße Dispersion 0,001 bis 2 Gew.-% mindestens eines Korrosionsinhibitoren enthalten. Geeignete Inhibitoren umfassen die Gruppe von Stickstoff enthaltenden Heterocylen wie Benzotriazol, substituierte Benzimidazole, substituierte Pyrazine, substituierte Pyrazole und deren Mischungen. 60

[0037] Um die Dispersion weiter, zum Beispiel gegen Absetzen des Abrasives, Ausflockungen und Zersetzung des Oxidationsmittels zu stabilisieren, können ihr 0,001 bis 10 Gew.-% mindestens eines oberflächenaktives Stoffe zugesetzt werden, der nichtionischer, kationischer, anionischer oder amphoterer Art ist.

[0038] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der Dispersion mit Dispergier- und/oder Mahlvorrichtungen, die einen Energieeintrag von mindestens 200 KJ/m<sup>3</sup> bewirken. Hierzu zählen Systeme nach dem Rotor-Stator-Prinzip, zum Beispiel Ultra-Turrax-Maschinen, oder Rührwerkskugelmühlen. Höhere Energieeinträge sind mit einem Planetenkneter/-mixer möglich. Die Wirksamkeit dieses Systems ist jedoch mit einer ausreichend hohen 65

# DE 101 49 130 A 1

Viskosität der bearbeiteten Mischung verbunden, um die benötigten hohen Scherenergien zum Zerteilen der Teilchen einzubringen.

[0039] Mit Hochdruckhomogenisierern können wässrige Dispersionen erhalten werden in denen das erfindungsgemäße Aluminiumoxid kleiner als 150 nm, und bevorzugt kleiner als 100 nm sein kann.

5 [0040] Bei diesen Vorrichtungen werden zwei unter hohem Druck stehende vordispergierte Suspensionsströme über eine Düse entspannt. Beide Dispersionsstrahlen treffen exakt aufeinander und die Teilchen mahlen sich selbst. Bei einer anderen Ausführungsform wird die Vordispersion ebenfalls unter hohen Druck gesetzt, jedoch erfolgt die Kollision der Teilchen gegen gepanzerte Wandbereiche. Die Operation kann beliebig oft wiederholt werden um kleinere Teilchengrößen zu erhalten.

10 [0041] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Dispersion zum chemisch-mechanischen Polieren von metallischen und nichtmetallischen Oberflächen. Die gute Stabilität der erfindungsgemäßen Dispersion über einen weiten pH-Bereich ermöglicht zum Beispiel das Polieren von Aluminium, Aluminiumlegierungen, Kupfer, Kupferlegierungen, Wolfram, Titan, Siliziumnitrid, Titannitrid, Tantalnitrid enthalten.

15 [0042] Außerdem eignet sich die erfindungsgemäße Dispersionen zur Herstellung sehr feinteiliger Oberflächenbeschichtungen im Papierbereich oder zur Erzeugung spezieller Gläser.

## Beispiele

### Beispiel 1

20 [0043] Es werden 1,31 kg/h  $\text{AlCl}_3$  bei ca. 130°C verdampft und in das Zentralrohr des Brenners überführt. In das Zentralrohr werden zusätzlich 0,538 Nm<sup>3</sup>/h (Primär-Wasserstoff), 1,35 Nm<sup>3</sup>/h Luft und 0,43 Nm<sup>3</sup>/h Inertgas ( $\text{N}_2$ ) eingespeist. Das Gasgemisch strömt aus der inneren Düse des Brenners und brennt in den Brennraum und das daran anschließende wassergekühlte Flammrohr. In die Zentraldüse umgebende Manteldüse werden zur Vermeidung von Anbakkungen an den Düsen 0,05 Nm<sup>3</sup>/h (Mantel oder Sekundär-)Wasserstoff eingespeist. In den Brennraum werden noch zusätzlich 20 Nm<sup>3</sup>/h (Sekundär-Luft) eingespeist.

25 [0044] Aus dem Axialrohr strömt die zweite Gaskomponente in das Zentralrohr. Der zweite Gasstrom besteht aus einem mit einem Magnesiumsalz beladenen Aerosol. Dieses Magnesiumsalz-Aerosol wird durch Vernebelung aus einer 15% wässrigen Magnesiumnitrat-Lösung im Aerosol-Generator erzeugt. Es werden 71,6 g/h Magnesiumsalz-Lösung vernebelt. Diese vernebelte Magnesiumsalz-Lösung wird mit Hilfe eines Traggauses von 1,0 Nm<sup>3</sup>/h Luft durch beheizte Leitungen geführt, wobei der Salzdampfnebel bei Temperaturen um ca. 180°C in Gas und Salzkristall-Aerosol übergeht. Am Brennermund wird die Temperatur des Gasgemisches ( $\text{AlCl}_3$ -Luft-Wasserstoff, Aerosol) gemessen; sie beträgt 295°C.

30 [0045] Nach der Flammenhydrolyse werden die Reaktionsgase und das entstandene mit Magnesium dotierte pyrogene Aluminiumoxid durch Anlegen eines Unterdruckes durch ein Kühlsystem gesaugt und dabei der Partikel-Gasstrom auf ca. 100 bis 160°C abgekühlt. In einem Filter oder Zyklon wird der Feststoff von dem Abgasstrom abgetrennt.

35 [0046] Das mit Magnesium dotierte pyrogene Aluminiumoxid fällt als weißes feinteiliges Pulver an. In einem weiteren Schritt werden bei erhöhter Temperatur durch Behandlung mit wasser dampfhaltiger Luft noch anhaftende Salzsäurereste von den Partikeln entfernt.

40 [0047] Die Beispiele 2 bis 7 werden analog Beispiel 1 durchgeführt. Die Parameter sind der Tabelle zu entnehmen.

[0048] Abb. 1 zeigt den Verlauf des Zeta-Potentiales der erfindungsgemäßen Pulver gemäß den Beispielen 6 und 7 im Vergleich mit undotiertem Aluminiumoxid (Alu C, Fa. Degussa AG). Der Wert des Zeta-Potentials hängt nur geringfügig vom Anteil der Dotierungskomponente im erfindungsgemäßen Aluminiumoxid ab. Der IEP jedoch kann mit steigendem Anteil an Dotierungskomponente zu höheren pH Werten verschoben werden. Dies bedeutet, dass maßgeschneiderte Partikel mit definiertem IEP hergestellt werden können und so der Einsatzbereich der Dispersion erweitert werden kann, ohne die zahlreichen anderen Bestandteile einer CMP-Dispersion erneut optimieren zu müssen.

[0049] Abb. 2 zeigt das Röntgendiffraktogramm des erfindungsgemäßen Pulvers aus Beispiel 6. Reflexe von  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  (Spinell) und alpha-Aluminiumoxid sind nicht zu erkennen.

50

55

60

65

Tabelle:

Experimentelle Bedingungen bei der Herstellung des dotierten Aluminumoxides und Eigenschaften der erhaltenen Partikel

Beispiel Nr.	AlCl <sub>3</sub> kg/h	Gas- temp. °C	Mg- Precursor	Precursor Konzentration Gew.-%	Precursor vernebelt g/h	Lösung vernebelt g/h	Mg- Gehalt Gew.-%	BET- Oberfläche m <sup>2</sup> /g
1	1,31	295	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	15	10,7	71,6	0,582	110
2	1,31	300	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	15	11,3	75,0	0,610	53
3	1,31	287	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	15	11,0	73,7	0,599	180
4	0,656	291	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	15	11,1	73,8	1,20	186
5	1,31	296	MgCl <sub>2</sub>	5	3,0	59,9	0,253	105
6	0,656	294	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	15	11,2	74,0	1,13	101
7	1,31	291	Mg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	2,03	26,1	0,11	118

H<sub>2</sub> Kern: 0,538 Nm<sup>3</sup>/h; H<sub>2</sub> Mantel: 0,05 Nm<sup>3</sup>/h;  
 N<sub>2</sub> Kern: 0,43 Nm<sup>3</sup>/h; N<sub>2</sub> Mantel: 0,10 Nm<sup>3</sup>/h;  
 Traggasvernebler: 1 Nm<sup>3</sup>/h

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

# DE 101 49 130 A 1

## Patentansprüche

1. Flammenhydrolytisch hergestelltes, mit einem zweiwertigen Metalloxid dotiertes Aluminiumoxid, welches keine, im Röntgendiffraktogramm nachweisbaren, Spinellstrukturen oder alpha-Aluminiumoxid, aufweist.  
5 2. Aluminiumoxid nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die BET-Oberfläche zwischen 1 und 1000 m<sup>2</sup>/g liegt.  
3. Aluminiumoxid nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil an Dotierungskomponente zwischen 10 ppm und 5 Gew.-% liegt.  
10 4. Aluminiumoxid nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das zweiwertige Metalloxid Magnesiumoxid, Calciumoxid, Zinkoxid, Manganoxid, Kupferoxid, Kobaltoxid oder Eisenoxid ist.  
5. Verfahren zur Herstellung der Aluminiumoxides gemäß den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet dass, in eine Flamme, wie sie zur Herstellung von pyrogenen Oxiden nach der Art der Flammenoxidation oder Flammenhydrolyse benutzt wird, mit einem zuvor verdampften Halogenid des Aluminiums, ein Aerosol in diese Flamme eingespeist wird, dieses Aerosol vor der Reaktion mit dem Gasgemisch der Flammenoxidation beziehungsweise 15 Flammenhydrolyse homogen gemischt wird, dann das Aerosol-Gasgemisch in einer Flamme abreakieren lässt und das entstandene dotierte Aluminiumoxid in bekannterweise vom Gasstrom abtrennt, wobei als Ausgangsprodukt des Aerosols eine Lösung eines zweiwertigen Metallsalzes dient, wobei das Aerosol durch Vernebelung durch einen Aerosolgenerator hergestellt wird.  
6. Wässrige Dispersion enthaltend Aluminiumoxid gemäß den Ansprüchen 1 bis 4.  
20 7. Wässrige Dispersion nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Gehalt an dotiertem Aluminiumoxid in der Dispersion zwischen 0,1 und 70 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Dispersion, liegt.  
8. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die mittlere Partikelgröße des dotierten Aluminiumoxides kleiner als 150 nm ist.  
9. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass deren pH-Wert zwischen 3 25 und 12 liegt.  
10. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie 0,3–20 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Dispersion, mindestens eines Oxidationsmittels enthält.  
11. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie 0,001 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Dispersion, mindestens eines Oxidationsaktivators enthält.  
30 12. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass sie 0,001 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Dispersion, mindestens eines Korrosionsinhibitors enthält.  
13. Wässrige Dispersion nach den Ansprüchen 6 bis 12 dadurch gekennzeichnet, dass sie 0,001 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Dispersion, mindestens eines oberflächenaktiven Stoffes enthält.  
14. Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Dispersion gemäß den Ansprüchen 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man das dotierte Aluminiumoxid in einem wässrigem Medium mit einem Energieeintrag von mindestens 35 200 KJ/m<sup>3</sup> dispergiert.  
15. Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Dispersion nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass zur Vermahlung und Dispergierung des dotierten, pyrogen hergestellten Metalloxidpartikel, in einem wässrigen Medium eine Vorrichtung Verwendung findet, bei der die zu dispergierenden Teilchen unter einem Druck von bis zu 40 3500 kg/cm<sup>2</sup> stehen, über eine Düse entspannt werden und miteinander oder gegen Wandbereiche der Vorrichtung kollidieren.  
16. Verwendung der wässrigen Dispersion gemäß den Ansprüchen 6 bis 13 zum chemisch-mechanischen Polieren von metallischen und nichtmetallischen Oberflächen.  
17. Verwendung der wässrigen Dispersion gemäß den Ansprüchen 6 bis 13 zur Erzeugung feinteiliger Oberflächenbeschichtungen im Papierbereich oder zur Erzeugung spezieller Gläser.  
45

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

50

55

60

65

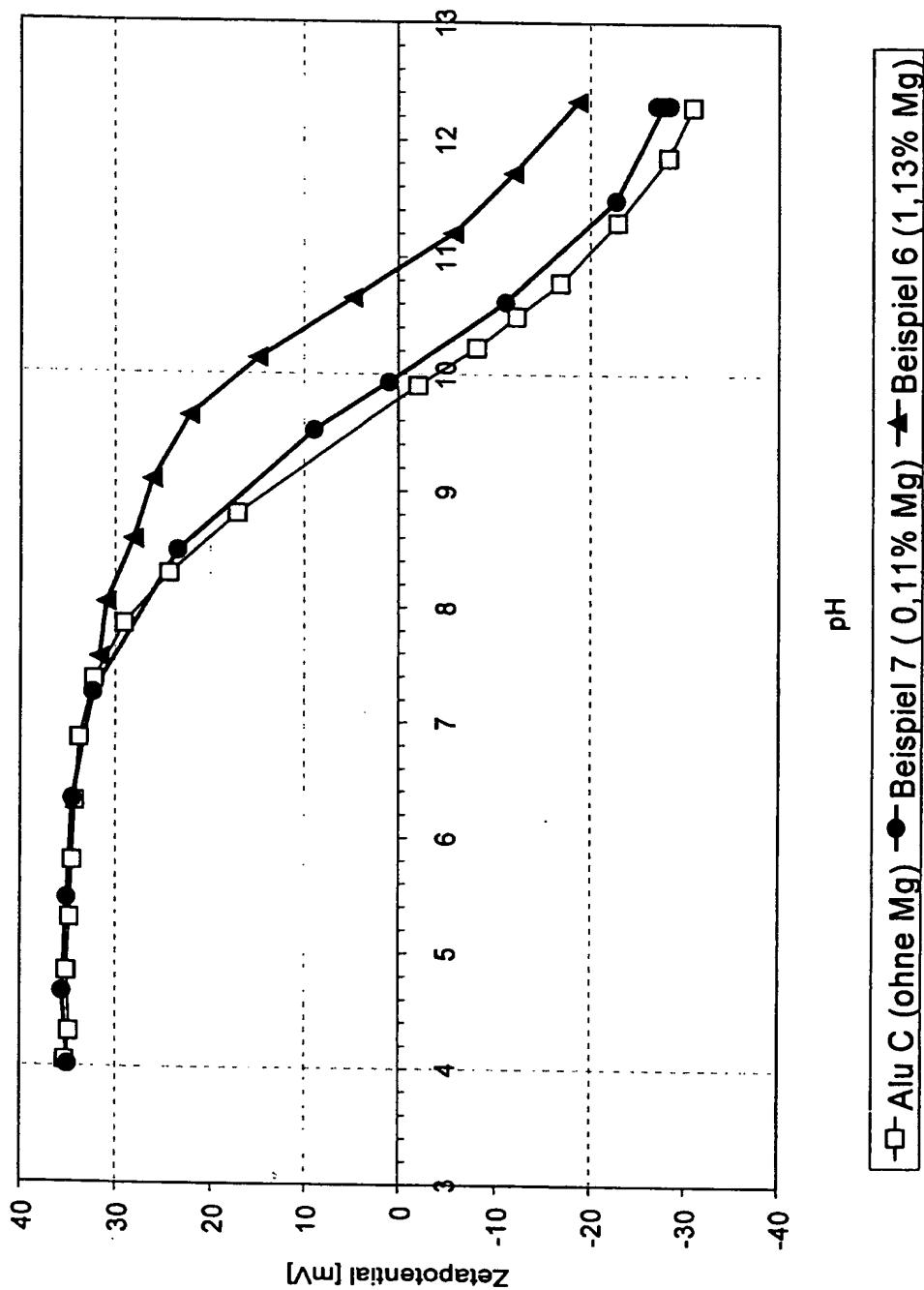


Abbildung 1: Zeta-Potentialverlauf von Alu C (ohne Dotierung; Degussa AG), Beispiele 6 und 7

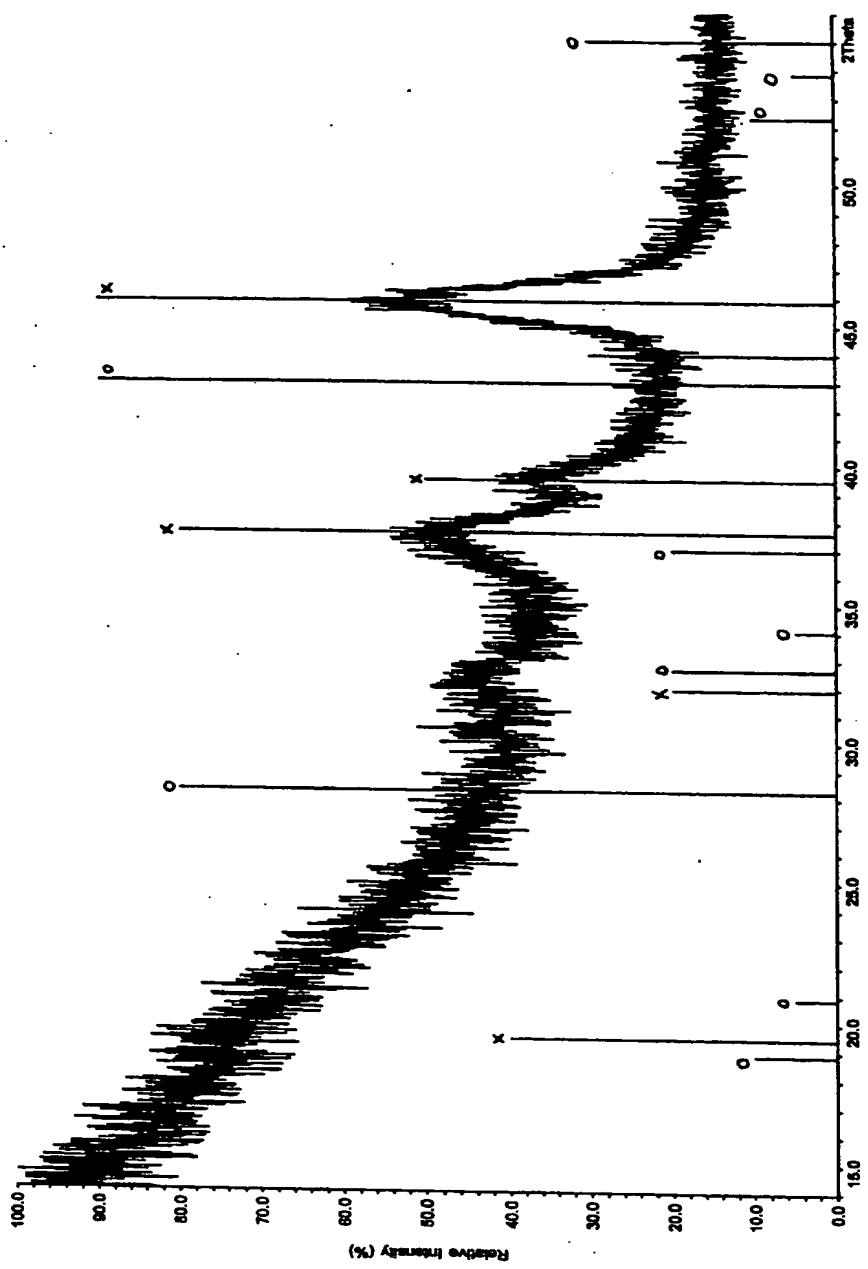


Abbildung 2: Röntgendiffraktogramm des Pulvers aus Beispiel 6  
(Vergleichssubstanzen: x = gamma-Aluminiumoxid, o = MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)